

Министерство образования и науки РФ

ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

УДК
669-1

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по науке
_____ Кружаев В.В.
«___» _____ 2013

ОТЧЕТ
О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

В рамках выполнения п.2.1.1.1 Плана реализации мероприятий Программы развития
УрФУ на 2013 год

ПО ТЕМЕ:

Установление влияния химического состава на протекание полиморфного превращения в
двухфазных сплавах титана методами термического анализа

(Заключительный)

Договор возмездного оказания услуг (выполнения работ, на создание произведения)
№2.1.1.1/10

Зав.кафедрой

(подпись, дата)

А.А. Попов

Научный руководитель

(подпись, дата)

А.Г. Илларионов

Исполнитель

(подпись, дата)

Д.В. Гадеев

Екатеринбург 2013

РЕФЕРАТ

1. ФИО автора (ов):

Гадеев Дмитрий Вадимович / Dmitriy V. Gadeev

2. Аннотация:

В работе рассматривается влияние различных экспериментальных параметров (скорость нагрева/охлаждения, параметры изотермических выдержек и пр.) на протекание полиморфного превращения в двухфазных сплавах на основе титана со значением молибденового эквивалента в диапазоне 0.8...12.4. Авторами работы предложен подход к исследованию титановых сплавов методом ДСК с применением комплексной температурной программы эксперимента, позволяющий исключить, либо максимально снизить влияние морфологических особенностей низкотемпературной α -фазы на её растворение при непрерывном нагреве в процессе анализа. Кроме того, в работе показано существование прямой корреляции между значением молибденового эквивалента сплава и скоростью растворения α -твердого раствора при непрерывном нагреве с повышенной скоростью, а также предложена эмпирическая функция, связывающая данный эквивалент со значением равновесной температуры окончания полного полиморфного превращения.

The effect of various experimental parameters (heating/cooling rates, time of isothermal exposures etc.) on polymorphic transition within two-phase titanium alloys (Mo-equivalent in range 0.8...12.4) has been considered in the work. An approach for titanium alloys investigation by the method of DSC with the use of multistage temperature program that able to neglect or to minimize low-temperature hcp-phase morphology features effect on the one dissolution process during continuous heating had been developed. A Mo-equivalent value to beta-transus temperature relationship present has been established. An empirical linear function for the relation had been calculated.

3. Ключевые слова:

ТЕРМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ, ДВУХФАЗНЫЕ ТИТАНОВЫЕ СПЛАВЫ, ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНАЯ СКЕНИРУЮЩАЯ КАЛОРИМЕТРИЯ, ПОЛИМОРФИЗМ, НЕПРЕРЫВНЫЙ НАГРЕВ, ДИФФУЗИОННЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ, ТЕМПЕРАТУРА $T_{пп}$

THERMAL ANALYSIS, TWO-PHASE TITANIUM ALLOYS. DSC. POLYMORPHISM.
CONTINUOUS HEATING. DIFFUSION GOVERNED TRANSFORMATIONS. BETA-
TRANSUS TEMPERATURE

4. **Тема отчета:**

Установление влияния химического состава на протекание полиморфного превращения в двухфазных сплавах титана методами термического анализа.

The effect of chemical composition on polymorphic transformation in two-phase titanium alloys investigation by the methods of thermal analysis

СОДЕРЖАНИЕ

РЕФЕРАТ	2
ВВЕДЕНИЕ.....	5
МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ.....	6
РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ.....	8
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	18
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	20

ВВЕДЕНИЕ

Сплавы на основе титана являются одним из важнейших конструкционных материалов и с каждым годом расширяются области их использования. Ответственные сферы применения этих (аэрокосмическая техника, судостроение и т.д.) сплавов требуют улучшения механических и эксплуатационных свойств за счет оптимизации их фазового и структурного состояния методами термического и термомеханического воздействия. Одним из важнейших параметров, который постоянно учитывается при назначении температурно-временных режимов обработки титановых сплавов является температура полного полиморфного $(\alpha+\beta) \rightarrow \beta$ - превращения ($T_{\text{пп}}$) при которой сплав переходит в полностью β -однофазное состояние.

В настоящее время наиболее широко используемой методикой определения температуры полного полиморфного превращения титановых сплавов, как в промышленных, так и лабораторных условиях, является металлографический метод «пробных закалок», который во многих странах является стандартизированным [1], однако он обладает рядом недостатков: трудоемкость, низкая производительность, в ряде случаев субъективность и т.п.

В связи с этим, существует потребность в методике определения температур полиморфного превращения иными методами, в первую очередь, основанными на измерении изменений физических свойств материала при протекании полиморфного превращения.

Существует широкий круг физических методов анализа (дилатометрический, термический и другие), позволяющих фиксировать температурные интервалы фазовых превращений и получать информацию о значении критических точек в металлах и сплавах. Однако общедоступные прикладные методические рекомендации по проведению подобных экспериментов для титановых сплавов в настоящее время в литературе отсутствуют. Кроме того, применение дилатометрического метода для анализа фазовых превращений в титановых сплавах ограничено из-за незначительного объемного эффекта при $(\alpha+\beta) \rightarrow \beta$ -превращении [2], поэтому перспективным видится применение метода дифференциального термического анализа (ДТА) и дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), которые являются широко известными и достаточно распространенными исследовательскими методами, обладающими высокой чувствительностью к протеканию фазовых превращений, в том числе $\alpha+\beta \leftrightarrow \beta$ -превращения в сплавах титана [3-5].

Необходимо отметить, что несмотря на широчайшее применение методов ДТА/ДСК в настоящее время, существует проблема с однозначным определением температур окончания фазовых превращений в случае исследования двухфазных сплавов, а именно нет однозначной точки зрения о трактовке инструментально фиксируемых термических эффектов на ДСК/ДТА-кривых.

В частности, в монографии [6] Уэндландт отмечает, что диффузионное фазовое превращение при непрерывном нагреве обычно завершается в интервале между экстремумом термического эффекта и температурой экстраполированного конца эффекта. При этом авторы некоторых других работ используют либо непосредственно температуру экстремума термического эффекта на кривой непрерывного нагрева, либо экстремум первой частной производной исходного ДСК-сигнала по времени в качестве интересующей критической точки [7-10].

Указанная проблема дополнительно усугубляется тем, что в любых термических методах анализа вследствие неравновесных условий протекания диффузионных процессов, физическое окончание наблюдаемого превращения происходит при температурах выше, чем в равновесных условиях (при непрерывном нагреве), либо ниже таковых (при охлаждении соответственно). Подобные явления известны, как перегрев и переохлаждение соответственно.

Кроме известной сложности в установлении связи характерных температурных точек с физическими явлениями, существует значительное количество физических и экспериментальных параметров оказывающих значительное влияние на фиксируемые в эксперименте ДТА/ДСК-кривые: температурная программа эксперимента (скорости нагрева/охлаждения, параметры изотермических выдержек и пр.), контролируемая атмосфера в эксперименте и др., значения которых также должно быть обосновано.

Таким образом, основной целью настоящей работы являлось установление влияния различных параметров сплава (главным образом, химического состава) на процессы протекания диффузионного $\alpha+\beta \leftrightarrow \beta$ -превращения при непрерывных нагреве и охлаждении.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала для исследования использовалась широкая группа двухфазных титановых сплавов с молибденовым эквивалентом ($[Mo]_{экв}$) в диапазоне 0,8...12,4. Химические составы исследованных плавок приведены в таблице 1.

Таблица 1 Химические составы используемых в работе сплавов

Марка сплава	Легирующие элементы и примеси, масс. %									[Mo] _{эк} %,
	Al	Cr	Mo	V	Sn	Nb	Si	Zr	Fe	
Псевдо-α-сплавы										
BT18Y	6,35	-	0,49	-	2,60	1,13	0,21	3,68	-	0,8
(α+β)-сплавы мартенситного класса										
Ti-6-4	6,19	0,026	0,006	3,78	0,02	-	0,01	0,002	0,18	3,1
	6,17	0,026	0,006	3,88	0,02	-	0,01	0,002	0,18	2,8
	6,21	0,026	0,006	3,89	0,02	-	0,01	0,002	0,18	2,8
BT3-1	5,87	1,50	2,62	-	-	-	0,35	-	0,45	6,0
BT9	6,45	-	3,39	-	-	-	0,29	2,11	-	
BT23	7,07	0,85	2,53	4,07	-	-	-	-	0,74	8,3
(α+β)-сплавы переходного класса										
VST5553	4,98	2,94	5,41	5,45	-	-	-	1,00	0,38	12,4

Стоит отметить, что на свойства сплава влияет не только величина молибденового эквивалента, но и значения структурного и прочностного алюминиевого эквивалентов. Тем не менее, значительная часть используемых в промышленности сплавов на основе титана характеризуются близкими значениями данных коэффициентов. Исходя из этого с целью сокращения необходимого объема эксперимента и, как следствие, числа экспериментальных факторов, в настоящей работе были рассмотрены только сплавы с близкими значениями алюминиевого эквивалента (8,5...10,5).

В качестве эталонных значений температур полного полиморфного превращения всех исследованных плавок использовались данные метода пробных закалок, при котором сплавы в температурном интервале $T_{пп}$, характерном для каждой марки, закаливались после нагрева и выдержки в течение 1 часа в воду с шагом 5 °С. Термическая обработка образцов проводилась в лабораторных термических печах типа СНОЛ.

Анализ структуры исследуемых сплавов в исходном состоянии и после различных видов обработок проводился на оптическом микроскопе «Olympus JX51» при увеличении 100...1000 крат. Микрошлифы изготавливали по общепринятой для титановых сплавов методике.

Термический анализ методом ДСК проводился на приборе синхронного термического анализа (СТА) «NETZSCH STA 449C Jupiter» с применением корундовых тиглей. В качестве эталонного образца использовался пустой тигель. Съемка термограмм проводилась в защитной контролируемой атмосфере аргона технической чистоты после дополнительной адсорбционной очистки.

При анализе полиморфного превращения при непрерывном нагреве/охлаждении учитывались следующие особенности протекания фазовых превращений: при ДСК-исследовании превращений в металлах и сплавах процессы, связанные с растворением второй фазы в матрице (например, в титановых сплавах растворение α -фазы в β -матрице при нагреве в область $T_{пп}$), идущие с поглощением тепла, характеризуются эндотермическим эффектом, то есть разность температур и тепловых потоков между образцом и эталоном (пустой чашкой) меньше нуля. Следует отметить, что в общем случае, без проведения дополнительных исследований или информации о предыстории образца, нельзя однозначно связывать тот или иной экзо- или эндоэффект с определенным превращением. Но если такая информация есть, например, известен температурный интервал протекания полиморфного превращения в сплаве, и наблюдаемый в этом интервале эффект при нагреве является эндотермическим, то привязка этого эффекта к $\alpha+\beta\rightarrow\beta$ -переходу вполне обоснована. Исходя из этого, осуществлялся выбор определенных эндоэффектов на полученных кривых ДСК сплавов и их анализ с целью определения $T_{пп}$.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Основные принципы и подходы к проведению ДСК-эксперимента отрабатывались на наиболее широко используемом сплаве ($\alpha+\beta$)-мартенситного класса Ti-6-4-ELI (аналог отечественного сплава ВТ6 с пониженным содержанием примесей).

На фиксируемых инструментально эндотермических эффектах, связанных с полиморфным превращением, были выделены определенные характерные температуры (рис. 1): экстраполированное начало (T_H) и конец эндоэффекта (T_K); минимум эффекта (T_M). Кроме того, для всех экспериментальных термограмм была определена зависимость численной производной ДСК-сигнала (по времени) от текущей температуры и на полученной зависимости определялось значение температуры максимума производной в области восходящей ветви эндотермического пика (T_{PM}).

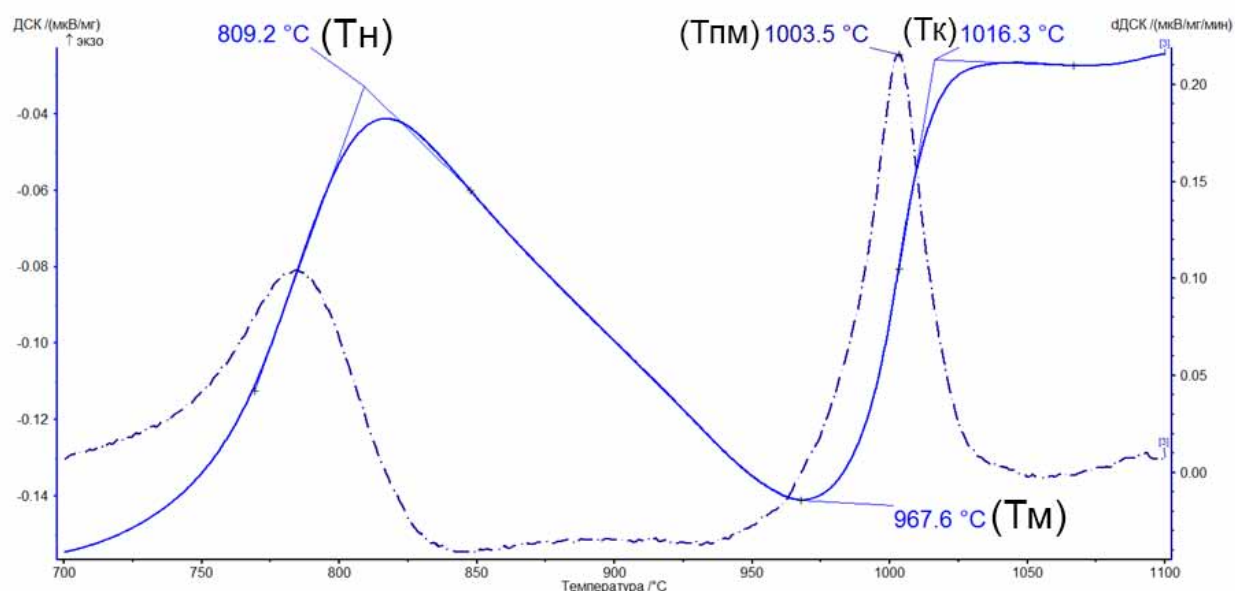
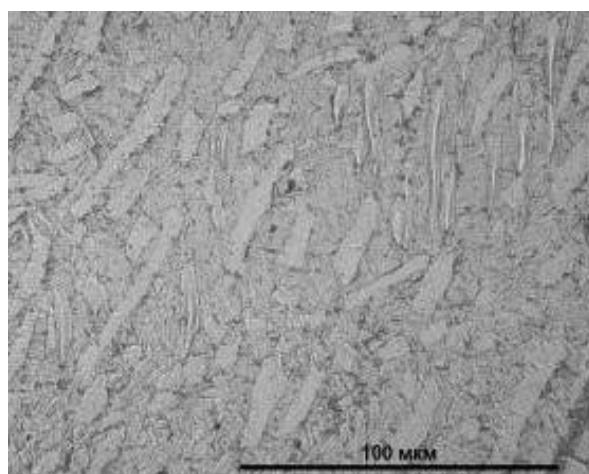


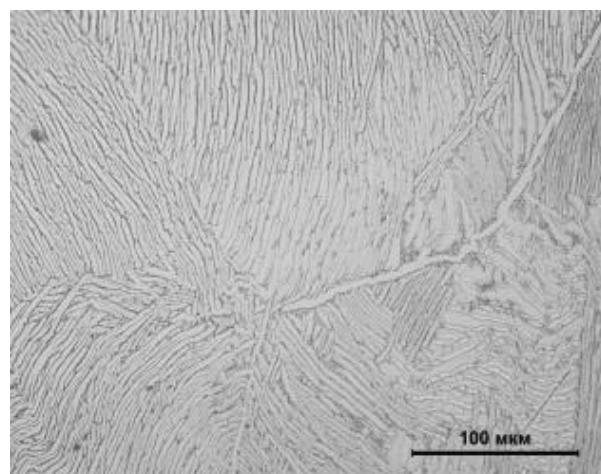
Рис. 1 Участок ДСК-кривой и кривой производной ДСК (по времени) непрерывного нагрева сплава Ti-6-4 ($T_{пп} = 983\text{ °C}$) со скоростью 50 °C/мин

В работах [7, 10] было показано, что морфология выделений α -фазы оказывает заметное влияние на форму инструментально фиксируемых термических эффектов, а обычные виды термической обработки (закалка, нормализация и др.) с применением печного нагрева не всегда позволяют устранить вклад различной морфологии и дисперсности продуктов распада β -твердого раствора в результаты термических методов анализа. В частности, в случае двухфазных титановых сплавов, наличие в структуре крупных пластин первичной α -фазы (рис. 2,а), полученных, очевидно, в результате отжига сплава в двухфазной ($\alpha+\beta$)-области термограмма данного сплава (рис. 2,в)

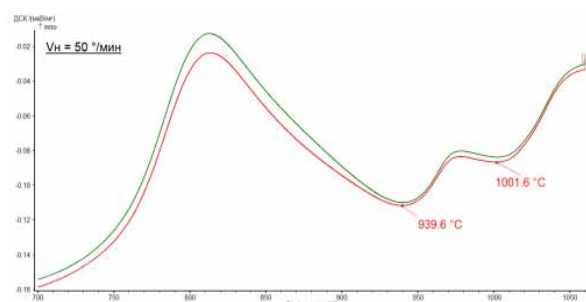
характеризуется сильной асимметричностью эндоэффекта $(\alpha+\beta)\rightarrow\beta$ -превращения и наличием 2-х локальных минимумов. При этом необходимо отметить крайне высокую повторяемость экспериментальных кривых в обоих приведенных случаях.



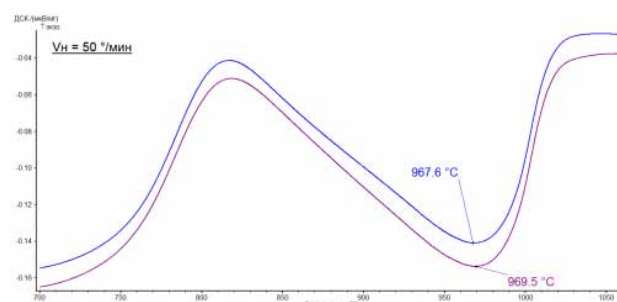
а



б



в



г

Рис. 2. Роль морфологии α -фазы в структуре (а, б) на однородность процесса растворения α -фазы в сплаве ТІ-6-4 в процессе непрерывного нагрева (в, г)

Наблюдаемый вид эндоэффекта связан, на наш взгляд, с различной концентрацией α -стабилизирующих элементов во вторичной и, растворяющейся при более высоких температурах, первичной α -фазе, т.к. формирование данных областей происходит при более высоких температурах, в сравнении с более дисперсными вторичными α -выделениями, что приводит к замедлению процесса их растворения в ходе реализации $(\alpha+\beta)\rightarrow\beta$ -перехода в процессе нагрева и появлению дополнительного эндоэффекта на ДСК-кривой. При исследовании образцов с более высокой однородностью структуры α -фазы (рис. 2,б), сформированной при непрерывном замедленном охлаждении из β -области сильной асимметрии термического эффекта не наблюдается (рис. 2,г), очевидно,

из-за образования α -фазы близкого химического состава в узком температурном интервале.

Исходя из зафиксированной высокой структурной чувствительности используемого метода ДСК, а также сложности использования классических видов термической обработки для подготовки структуры к термическому анализу, т.е. формирование выделений α -фазы высокой однородности, в работе предложено использовать комплексную температурную программу эксперимента, включающую ускоренный нагрев в однофазную β -область, переохлаждение в интервал наименьшей устойчивости переохлажденной β -фазы, кратковременная выдержка и повторный нагрев выше $T_{пп}$, а всю обработку проводить непосредственно в измерительной ячейке прибора ДСК. Данный подход, очевидно, позволяет более точно контролировать все температурно-временные параметры обработки (температуры – с точностью до 0,5 °С; времена выдержки – до 1 мин.), несколько снижая производительность.

При этом первичный высокотемпературный нагрев и последующее контролируемое охлаждение необходимо для растворения и повторного выделения α -фазы, дисперсность которой не зависит от исходной структуры исследуемого образца.

По мнению авторов, использование значений температур минимума и конца эндотермического эффекта как реперных точек при анализе $\alpha+\beta \rightarrow \beta$ -превращения является не совсем корректным в связи с отмеченным выше фактом, что температура физического окончания превращения лежит несколько выше температуры T_m и ниже, чем температура T_k , то есть не может совпадать ни с одной из них, поэтому в настоящей работе в качестве характерной температуры на ДСК-кривой к которой была осуществлена привязка $T_{пп}$ использовали $T_{мп}$, которая располагаясь между T_m и T_k , по нашему мнению, наиболее близко находится к $T_{пп}$. На основании этого, предложено $T_{пп}$ сплавов определять, как $T_{пп} = T_{мп} \pm \Delta T$, где ΔT – экспериментальная поправка, учитывающая неравновесные условия протекания превращения при ДСК-исследовании и определяемая экспериментальным путем для каждой марки сплава. При этом анализировать характерные точки на ДСК-кривой повторного высокотемпературного нагрева.

Влияние скорости нагрева на положение характерных точек на кривых непрерывного нагрева, в свою очередь, было изучено путем серии ДСК-экспериментов при непрерывном нагреве сплава Ti-6Al-4V с различными скоростями. Анализ полученных результатов показал (рис. 3), что действительно имеет место смещение температурного интервала эндозффекта и положения критических точек в область повышенных температур при увеличении скорости нагрева. В частности, можно отметить,

что снижение скорости нагрева с 50 до 30 °/мин (на 40 %) привело к понижению температуры $T_{мп}$ на 4 °.

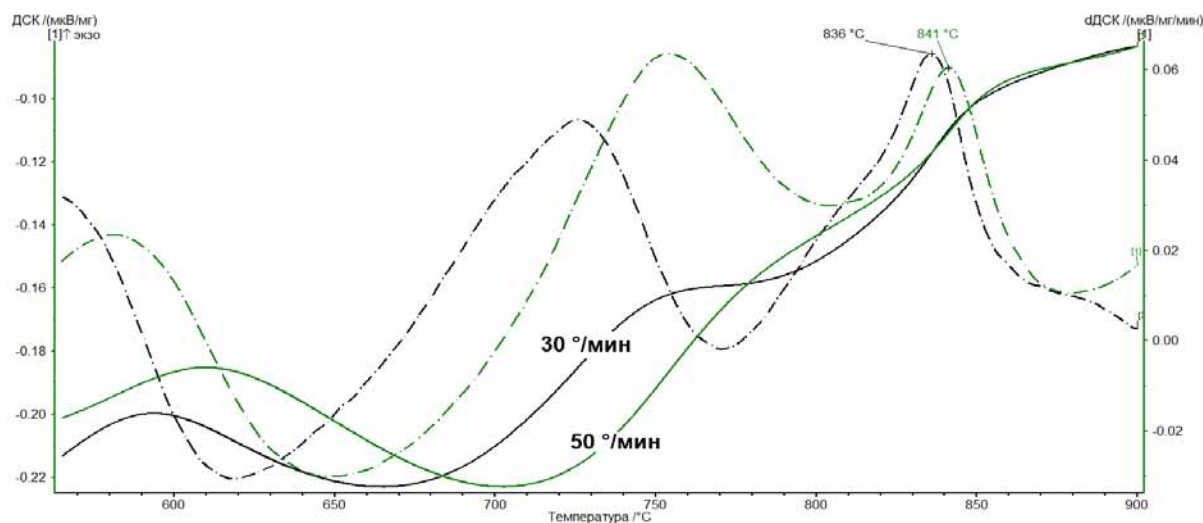


Рисунок 3 Влияние скорости нагрева на положение критической точки $T_{мп}$ на термограмме сплава Ti-6-4

Снижение скорости нагрева так же заметно уменьшает интенсивность термического эффекта, а также приводит к повышению его асимметричности, что особенно хорошо заметно по виду частной производной. Стоит отметить, что интегральная интенсивность термического эффекта определяется в первую очередь объемной долей растворяющейся при нагреве α -фазы, откуда следует, что для высоколегированных сплавов с низкой объемной долей α -твердого раствора в равновесном состоянии целесообразно использование максимально высоких скоростей нагрева для максимального увеличения интегральной интенсивности эффекта. Кроме того, снижение скорости нагрева при термическом анализе увеличивает время проведения эксперимента, следовательно, способствует уменьшению производительности методики, особенно в случае исследования сплавов с высокими значениями $T_{пп}$. Исходя из чего, авторами предложено использовать максимально возможную скорость нагрева, реализуемую в используемом оборудовании – 50 °/мин.

Температуры первичного и повторного высокотемпературного нагрева выбирались с учетом того, что температуры нагрева должны быть выше, чем наиболее высокие значения $T_{пп}$, характерные для псевдо- α -сплавов (1010...1025 °C). При этом вследствие ускоренного нагрева, требуется повышенное время для протекания всех необходимых диффузионных процессов, связанных с растворением α -фазы, что приводит к некоторому повышению температуры полного перехода сплава в однофазное β -состояние. Поэтому,

нагрев ($T_{\text{пн}}$ и $T_{\text{вн}}$) всех исследуемых в работе сплавов проводился до температуры 1150 °С, а изотермическая выдержка в однофазной области не использовалась.

Для того, чтобы минимизировать необходимое время изотермической выдержки в области диффузионного распада переохлажденного β -твердого раствора, что может приводить к нежелательной стабилизации структуры, использовалась максимально возможная скорость охлаждения $V_{\text{по}}$ - 50 °/мин. Для получения в структуре максимального высокой объемной доли α -фазы, то переохлаждение образца после первичного нагрева проводилось до температур ниже интервала активного диффузионного распада β -твердого раствора. На основе литературных данных [11], была выбрана температура 600 °С в качестве температуры переохлаждения.

С учетом данных [11], очевидно, что при изотермической выдержке при выбранной температуре переохлаждения в большинстве двухфазных сплавов не должно фиксироваться инструментально каких-либо заметных структурно-фазовых превращений. Однако, известно, что при сменах типа стадии ДСК-эксперимента (нагрев-охлаждение; выдержка-нагрев и т.п.) в некотором температурном диапазоне наблюдается аномальное поведение ДСК-кривой связанное с переходными процессами («выход» на рабочий режим), что приводит к катастрофическому снижению чувствительности исследования в данном температурном интервале. При этом при переходе из режима охлаждения в режим нагрева протяженность стадии «выхода» максимальна. Поэтому, для стабилизации процессов, а также более полного протекания процессов распада β -твердого раствора в высоколегированных сплавах, предложено проводить изотермическую выдержку в течение 15 минут.

Повторный высокотемпературный нагрев по отмеченным выше причинам также проводился со скоростью 50 °/мин до температуры 1150 °С.

Таким образом, на базе сплава мартенситного класса Ti-6-4 был выбран режим, включающий нагрев со скоростью 50 °/мин до температуры 1150 °С, переохлаждение до температуры 600 °С со скоростью 50 °/мин, выдержку в течение 15 минут и повторный нагрев с аналогичной скоростью в однофазную β -область. Данный режим позволил (рис. 4) минимизировать влияние неоднородности исходной структуры и получить на стадии повторного высокотемпературного нагрева достаточно интенсивный и симметричный эндотермический эффект, производная в области которого характеризуется присутствием ярко выраженного локального максимума.

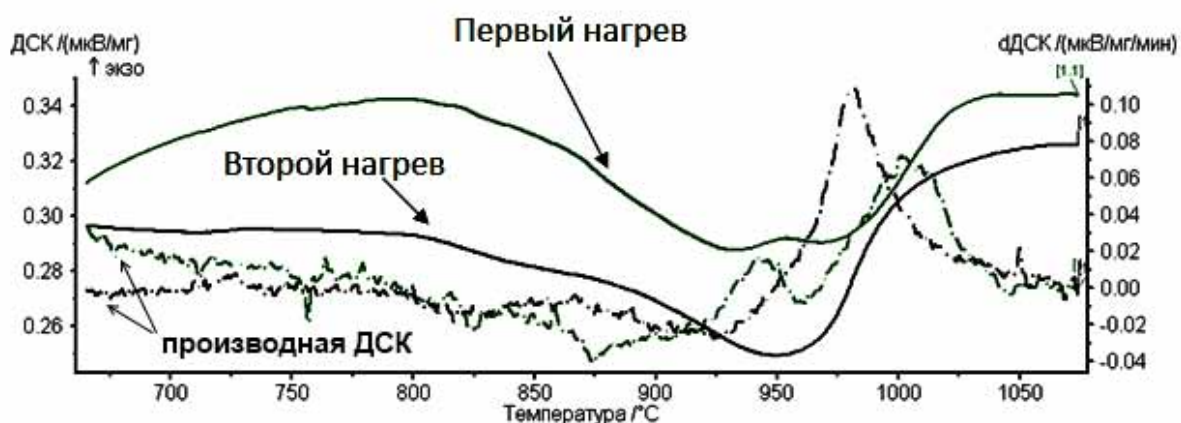


Рисунок 4 ДСК-кривые первого, второго нагрева по базовому режиму и их производные в области $(\alpha+\beta) \rightarrow \beta$ -превращения для сплава Ti-6-4

Анализ результатов исследования нескольких плавок сплава Ti-6-4 с различным значением $T_{пп}$ методом ДСК по предложенному режиму (рис. 5) показало, что для данного сплава с температурой $T_{пп}$, определенной металлографическим методом, соотносится расчетное значение $(T_{пм} - 19) \pm 1$.

Систематизация результатов

На основе совместного анализа результатов ДСК-исследований, описанных ранее, была построена зависимость величины температурной поправки ($\Delta T = T_{мп} - T_{пп}$) от значения условного молибденового эквивалента сплава, представленная на рис. 5, которая с удовлетворительной точностью аппроксимируется линейной функцией вида:

$$\Delta T = -1,6294 \cdot [Mo]_{э\text{кв}} + 20,14$$

По мере увеличения степени легирования сплава β -стабилизирующими элементами (в ряду сплавов VT18Y – VST5553), в целом, величина необходимой температурной поправки ΔT заметно снижается, а для сплавов с $Mo_{э\text{кв}}$ больше 12 становится отрицательной.

Для определения причин установленной зависимости необходимо рассмотреть условия образования α -фазы в исследованных методом ДСК сплавах. Для этого были проанализированы кривые охлаждения сплавов с температуры первого высокотемпературного нагрева до температуры переохлаждения 600 °C со скоростью 50 °/мин, представленные на рис. 6.

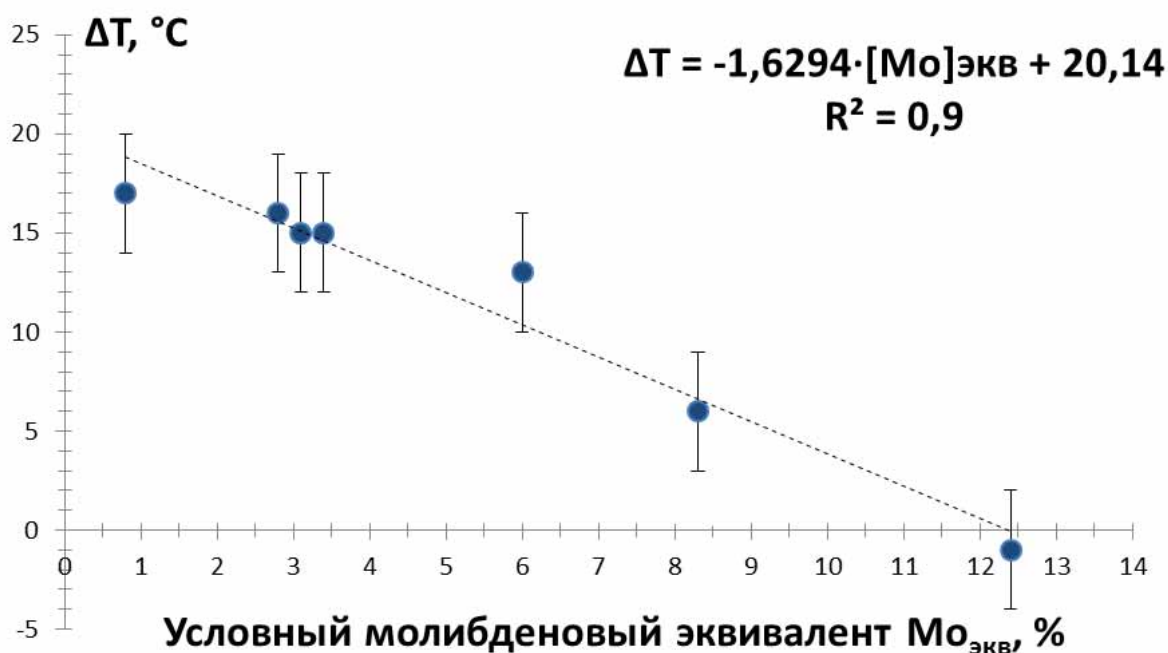


Рисунок 5 Зависимость величины температурной поправки от среднего значения условного молибденового эквивалента

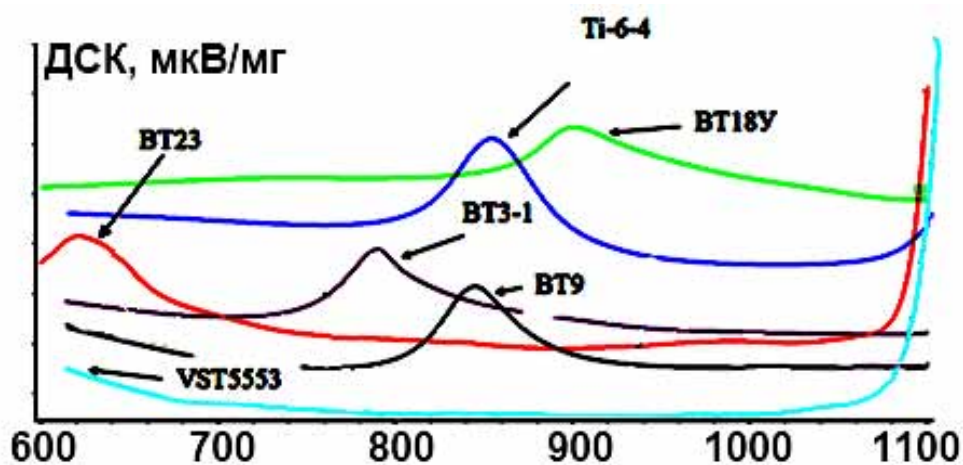
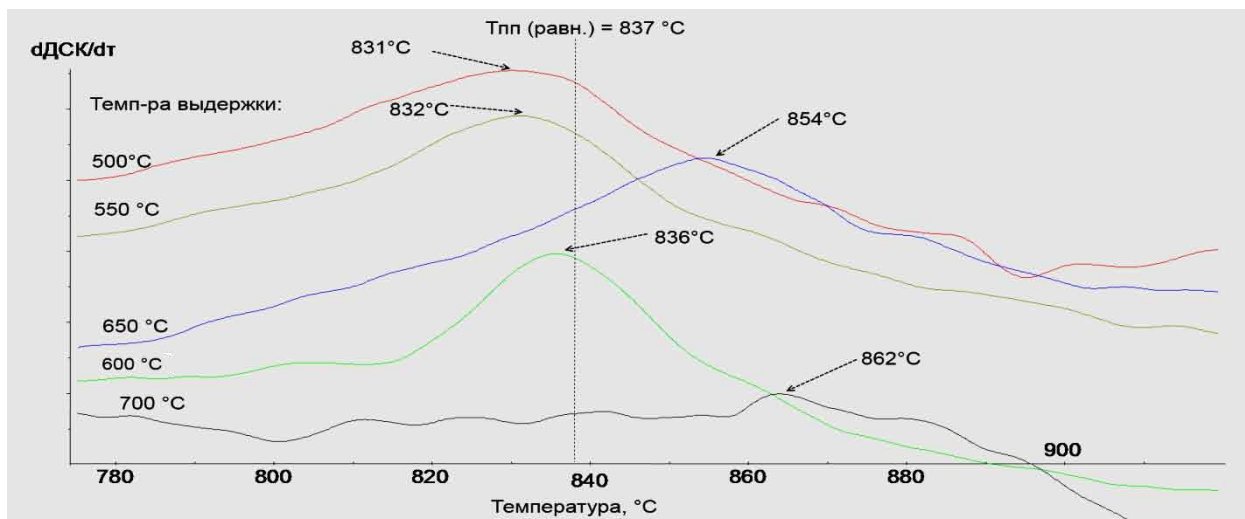


Рисунок 6 Зависимость температурного интервала распада переохлажденного β -твердого раствора от марки сплава

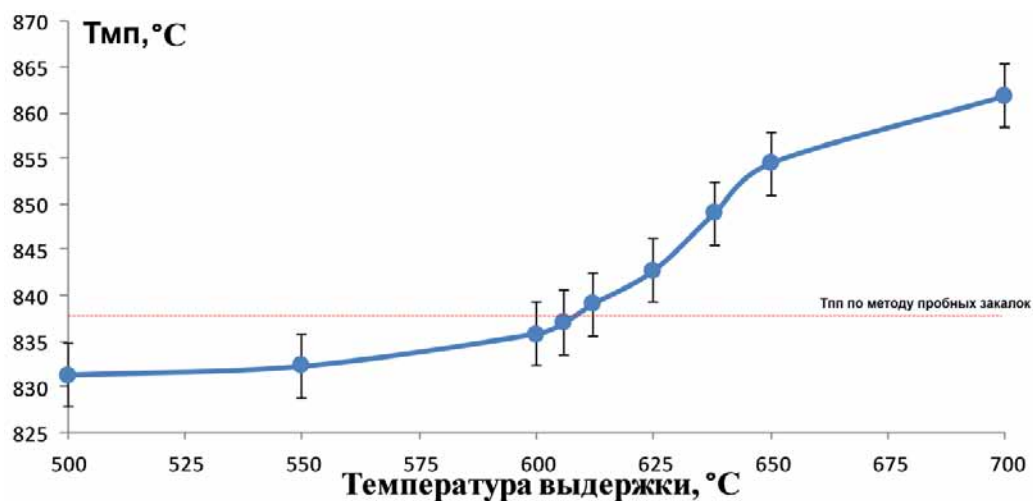
Анализ приведенных кривых непрерывного охлаждения позволяет отметить, что по мере увеличения общей степени легирования сплава β -стабилизирующими элементами наблюдается закономерное повышение стабильности переохлажденного β -твердого раствора, выражаемое в смещении интервала диффузионного распада (экзоэффект на кривых охлаждения) в область пониженных температур. Снижение температуры

образования α -твердого раствора, как известно [2, 3], приводит, во-первых, к повышению степени дисперсности α -фазы, а во вторых, к снижению объемной доли продуктов распада β -твердого раствора в структуре сплавов с более высоким коэффициентом β -стабилизации. Поскольку при этом обработка всех сплавов проводится в неравновесных условиях, при которых время для протекания диффузионных процессов является ограниченным, то повышение дисперсности и снижение объемной доли заметно облегчает процессы растворения α -выделений при последующем непрерывном нагреве, что, очевидно, приводит к понижению регистрируемой температуры, связываемой в настоящей работе с равновесным значением $T_{пп}$ и, как следствие, снижению необходимой поправки ΔT .

Для оценки величины интервала возможного изменения расчетной поправки при определении $T_{пп}$ в зависимости от $T_{мп}$ путем вариации температуры образования α -твердого раствора, на сплаве VST5553 была проведена серия ДСК-экспериментов, в которых температура выдержки изменялась в диапазоне 500...700 °С (рисунок 7). Анализ результатов ДСК показал, что с ростом температуры выдержки действительно возрастает значение температуры пика на первой производной в области температуры окончания $(\alpha+\beta) \rightarrow \beta$ -превращения, а соответственно возрастает поправка при определении $T_{пп}$.



а



б

Рисунок 7 Зависимость температуры $T_{пп}$ сплава VST5553 от температуры изотермической выдержки

Можно отметить, что по сравнению с $[Mo]_{экв}$, непосредственно температура $T_{пп}$ является более комплексной характеристикой сплава, влияние на которую оказывают как β -, так и α -стабилизирующие элементы. Поэтому определенный интерес представляет зависимость величины ΔT от средней температуры полного полиморфного превращения сплава, представленная на рис. 8. Как показал функциональный анализ, данная зависимость также является линейной и выражается аналитически следующим образом:

$$\Delta T = 0,106 \cdot T_{пп} - 90$$

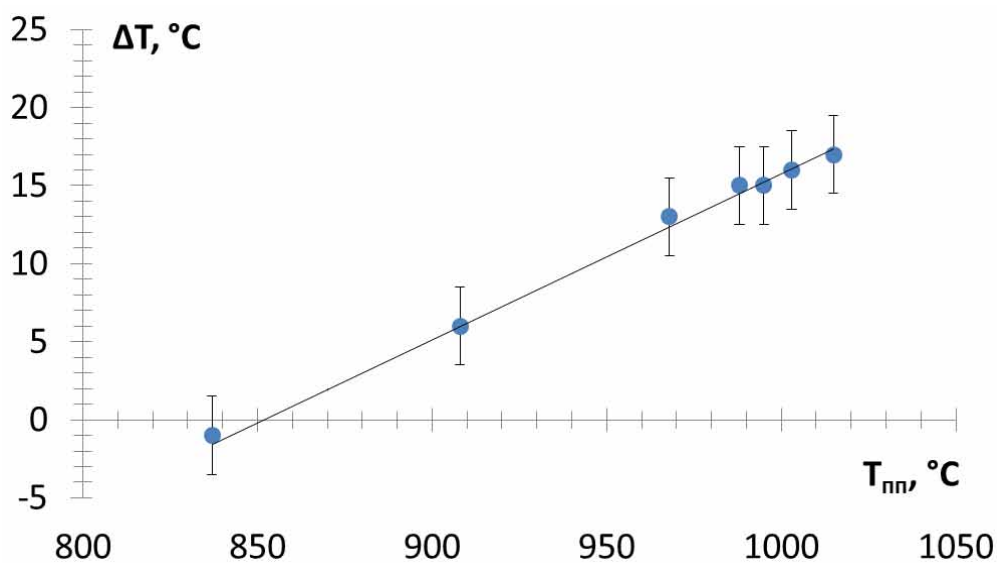


Рисунок 8 Влияние температуры $T_{пп}$ сплава на величину температурной поправки

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

По результатам проведенных в главе работы исследований можно сделать следующие выводы:

1. Методом дифференциальной сканирующей калориметрии исследован характер реализации эффектов, связанных с протеканием полного полиморфного превращения при непрерывном нагреве с различными скоростями в широкой группе сплавов на основе титана. Показано, что метод ДСК обладает высокой чувствительностью к различным процессам, протекающим во время полиморфного превращения, а также повторяемостью результатов сопоставимой с методом пробных закалок.
2. Показано, что вследствие высокой чувствительности используемого метода ДСК, даже незначительные отличия в морфологии α -фазы в структуре сплава оказывают заметное влияние на результаты калориметрических исследований. Для минимизации влияния исходной структуры сплава предложено использовать предварительную термообработку исследуемых образцов в измерительной ячейке прибора ДСК. Разработана методика термического анализа для определения $T_{пп}$ титановых сплавов, включающая унифицированный температурный режим обработки в ячейке СТА с нагревом в однофазную β -область до температуры 1150 °C со скоростью 50 °C для полного растворения исходной α -фазы в структуре; переохлаждение в область активного диффузионного распада метастабильного β -твердого раствора до температуры 600 °C; кратковременную выдержку в течение 15 минут для стабилизации структуры и повторный высокотемпературный нагрев со скоростью 50 °/мин в однофазную область.
3. Показано, что после обработки сплавов по предложенному режиму, температура окончания $(\alpha+\beta)\rightarrow\beta$ -превращения с достаточной степенью точности выражается зависимостью

$$T_{пп} = T_{мп} - \Delta T,$$

где $T_{пп}$ – значение температуры полного полиморфного превращения сплава; $T_{мп}$ – температура максимума частной производной исходного ДСК-сигнала в области эндоэффекта, связанного с полиморфным превращением; ΔT – температурная поправка, зависящая от состава сплава

4. Установлено, что температурная поправка для легированных титановых сплавов зависит от стабильности β -твердого раствора и температурного интервала полиморфного превращения сплава и предложена эмпирическая зависимость расчета температурной поправки по $Mo_{\text{экв}}$ сплава.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. EN 3684:2007 Aerospace series - Test methods - Titanium alloy wrought products - Determination of β transus temperature - Metallographic method // ASD/MAT- Published standards. 2007. URL: <http://tinyurl.com/EN-3684-2007> (дата обращения: 03.09.2013)
2. Титановые сплавы. Metallovedenie titana i ego spлавov / под ред. Б.А. Колачева и С.Г. Глазунова. М.: Металлургия, 1992. -352 с
3. Lütjering, G., Williams J. C. Titanium. Berlin: Springer, 2003, 442 pp.
4. Handbook of thermal analysis and calorimetry: Principles and Practice / Michael E. Brown. V. 1
5. Handbook of thermal analysis and calorimetry: Applications to inorganic and miscellaneous materials / Michael E. Brown. London: Chapman and Hall, V. 2. 2003. - 942 p
6. Уэндландт У. Термические методы анализа / У. Уэндландт. М.: Мир, 1979, 520 с.
7. Zhu Y. T. Determination of equilibrium solid-phase transition temperature using DTA / Y. T. Zhu, J. H. Devletian // Metallurgical and Materials Transactions A. V. 22, N. 9. 1991. p. 1993...1998
8. Application of differential thermal analysis to solid-solid transitions in phase diagram determination / Y. T. Zhu, J. H. Devletian, A. Manthiram // J. Phase Equilibria. V. 15. N. 1. 1994. p. 37...41
9. Marc Carton. Study of transformations and microstructural modification in Ti-LCB and T-555 alloys using Differential Scanning Calorimetry / Marc Carton, Pascal Jacques, Nicolas Clement, Jacqueline Lecomte-Beckers // Proceedings of Ti-2007 Science and technology - 11th World Conference on Titanium (JIMIC 5). 2007. pp. 491-494
10. Илларионов А.Г., Попов А.А., Рыжков М.А. Разработка методик определения температуры полного полиморфного превращения двухфазного титанового сплава методом термического анализа / Илларионов А.Г., Попов А.А., Рыжков М.А., Колосова Е.В., Попова М.А. и др. // Научно-технический журнал «Титан». 2010. №1. С. 24...30
11. Попова Л.Е., Попов А.А. Диаграммы превращения аустенита в сталях и бета-раствора в сплавах титана. Справочник, 1991 год, "Металлургия", 503 с.